

PAT-NO: JP02004195685A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2004195685 A

TITLE: MANUFACTURING METHOD FOR THERMOPLASTIC
POLYESTER RESIN
FOAMED SHEET

PUBN-DATE: July 15, 2004

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MASUDA, SHIGEHIRO

COUNTRY

N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

MITSUBISHI POLYESTER FILM COPP

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP2002363994

APPL-DATE: December 16, 2002

INT-CL (IPC): B29C047/10

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a manufacturing method for a thermoplastic polyester resin foamed sheet capable of making cells in foam fine when the foam is obtained by injecting gas in an extruder to knead the same with a molten thermoplastic polyester resin and to provide a material which is not only used in packaging and the production of a card, a label, a cushioning material or the like but also applied to a foamed sheet uniaxially or biaxially stretched to be formed into a film.

SOLUTION: In the manufacturing method for the thermoplastic polyester resin foamed sheet, gas, which is inert to a polyester and held to a gaseous state at

the normal temperature under atmospheric pressure, is injected in the extruder to be kneaded with the molten thermoplastic polyester resin at the time of extrusion of the polyester resin in a molten state and pressure is released simultaneously with the molding of the resulting kneaded mixture into a sheetlike shape at the cap part of the extruder to form cells in the molded sheet. An organic foaming agent of which the decomposition start temperature is not less than 220°C and the decomposition completion temperature is not more than 400°C alone is added to the thermoplastic polyester resin in a ratio of 0.001-0.5 times the weight of the injected gas.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO&NCIPI

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-195685

(P2004-195685A)

(43) 公開日 平成16年7月15日(2004.7.15)

(51) Int.Cl.⁷

B29C 47/10
 // B29K 105:04
 B29K 105:16
 B29L 7:00

F I

B29C 47/10
 B29K 105:04
 B29K 105:16
 B29L 7:00

テーマコード (参考)

4 F 2 0 7

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-363994 (P2002-363994)
 (22) 出願日 平成14年12月16日 (2002.12.16)

(71) 出願人 000108856
 三菱化学ポリエステルフィルム株式会社
 東京都港区芝四丁目2番3号

(72) 発明者 増田 成裕
 滋賀県坂田郡山東町井之口 347番地
 三菱化学ポリエステルフィルム株式会社中
 央研究所内

Fターム(参考) 4F207 AA24 AB02 AG01 AG20 AR02
 AR06 AR12 KA01 KA11 KF04
 KF12 KK13 KK23 KK63 KK66
 KL40 KL84 KL94

(54) 【発明の名称】 熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ガスを押出機に注入して熱可塑性ポリエステル樹脂と熔融混練りし発泡体を得るに際して、発泡体中の気泡を微細化できる製造法を提供し、包装用、カード、ラベル、緩衝材等の用途に用いるだけでなく、一軸延伸または二軸延伸してフィルム化するための発泡シートにも応用できる材料を提供する。

【解決手段】 熱可塑性ポリエステル樹脂の熔融押出し時に、ポリエステルに対して不活性でかつ常温常圧で気体であるガスを押出機に注入して熔融混練りした後、口金部においてシート状に成形すると同時に圧力開放して気泡を含有するシートの製造方法であり、単体での分解開始温度が220℃以上でかつ分解終了温度が400℃以下の有機発泡剤を、注入するガス重量の0.001～0.5倍量の割合で熱可塑性ポリエステル樹脂に添加することを特徴とする熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法。

【選択図】 なし

10

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

熱可塑性ポリエステル樹脂の溶融押出し時に、ポリエステルに対して不活性でかつ常温常圧で気体であるガスを押出機に注入して溶融混練りした後、口金部においてシート状に成形すると同時に圧力開放して気泡を含有するシートの製造方法であり、単体での分解開始温度が220℃以上でかつ分解終了温度が400℃以下の有機発泡剤を、注入するガス重量の0.001～0.5倍量の割合で熱可塑性ポリエステル樹脂に添加することを特徴とする熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10

【発明の属する技術分野】

本発明は、熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

熱可塑性ポリエステル樹脂は、その機械的強度や寸法安定性、耐熱性、耐薬品性、電気的特性、耐光性などの点で優れている。この熱可塑性ポリエステル樹脂を素材として、その中に微細気泡を含有させた発泡シートは、ポリエステル樹脂のこれらの優れた特性に加えて、断熱性や緩衝性をも合わせ持つものである。

【0003】

この熱可塑性ポリエステル樹脂の発泡体を製造する方法の一つとして、予め成型加工した未発泡のポリエステル樹脂を、高圧の気体中で樹脂の中に気体を含浸させた後、常圧に戻して加熱することで含浸させた気体を発泡させるバッチ方式のプロセスが知られている（特許文献1～3）。これとは別に、熱可塑性ポリエステル樹脂を押出機中で、発泡剤と共に加圧下で溶融混練りしながら溶融樹脂中に気体を溶解させてから圧力の低下する口金付近で発泡させて、たとえばシート状などの一定の断面形状を有する発泡体を連続的に製造するプロセスが知られている。生産の効率性を考えれば、前述したバッチ方式のプロセスよりも、押出機中で熱可塑性ポリエステル樹脂と発泡剤とを溶融混練りして連続的に発泡体を得るプロセスの方が好ましい。

20

【0004】

熱可塑性ポリエステル樹脂に発泡剤を添加して、溶融混練りして発泡させる方法においては、発泡剤としては、主として熱分解によりガスを発生する化学発泡剤を用いる方法（特許文献4～6）と、炭酸ガスや窒素、ブタンガス等の常温常圧で気体のガスを用いる方法（特許文献7～12）との2つに大別できる。特に近年、発泡剤として超臨界状態の炭酸ガスを押出機に注入させることで、極めて微細な気泡を有する発泡体を得ることが注目されている（特許文献13）

30

ところが、ガスを押出機に注入して発泡体を得るプロセスにおいて、ガスを超臨界液体として注入しても、得られる発泡体中の気泡は必ずしも微細かつ独立した気泡となるとは限らず、さらなる改良が求められている。

【0005】

【特許文献1】特開平6-344457号公報

40

【特許文献2】特開平8-72084号公報

【特許文献3】特開平10-235668号公報

【特許文献4】特開平6-248104号公報

【特許文献5】特開平6-287339号公報

【特許文献6】特開平11-60777号公報

【特許文献7】特開平4-70321号公報

【特許文献8】特開平10-44215号公報

【特許文献9】特開平10-87867号公報

【特許文献10】特開平10-152572号公報

【特許文献11】特開平11-300814号公報

50

【特許文献12】特開2000-52408号公報

【特許文献13】登録特許第2625576号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記実情に鑑みなされたものであって、その解決課題は、ガスを押出機に注入して熱可塑性ポリエステル樹脂と溶融混練りし発泡体を得るに際して、発泡体中の気泡を微細化できる製造法を提供し、包装用、カード、ラベル、緩衝材等の用途に用いるだけでなく、一軸延伸または二軸延伸してフィルム化するための発泡シートにも応用できる材料を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題に鑑み鋭意検討した結果、特定の構成からなる製造方法を見だし、本発明を完成するに至った。

【0008】

すなわち、本発明の要旨は、熱可塑性ポリエステル樹脂の溶融押出し時に、ポリエステルに対して不活性でかつ常温常圧で気体であるガスを押出機に注入して溶融混練りした後、口金部においてシート状に成形すると同時に圧力開放して気泡を含有するシートの製造方法であり、単体での分解開始温度が220℃以上でかつ分解終了温度が400℃以下の有機発泡剤を、注入するガス重量の0.001~0.5倍量の割合で熱可塑性ポリエステル樹脂に添加することを特徴とする熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法に存する。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態を詳細に説明する。

本発明で用いる熱可塑性ポリエステル樹脂は、芳香族ジカルボン酸あるいは脂肪族ジカルボン酸と、脂肪族グリコールあるいは芳香族グリコールとの重縮合によって生成する樹脂であり、しかも加熱して軟化するか溶融状態となる性質を有する必要がある。

本発明に用いる代表的な熱可塑性ポリエステル樹脂は、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、1,4-シクロヘキサジメチレンテレフタレート、1,4-ブチレンテレフタレート等が挙げられるが、樹脂の価格と性能の観点から、ポリエチレンテレフタレートが有利である。

【0010】

上記の代表的な熱可塑性ポリエステル樹脂は、上記ホモポリマーの他に、ポリエステルを構成するジカルボン酸あるいはグリコールあるいはその両方の成分の45モル%以下、好ましくは35モル%以下の割合で変更して、ランダムあるいはブロック共重合化したものも用いることができる。この目的で選択できるジカルボン酸としては、テレフタル酸、イソフタル酸、オルトフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、5-スルフォニルイソフタル酸金属塩等の芳香族ジカルボン酸や、シュウ酸、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、デカンジカルボン酸等の脂肪族ジカルボン酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸等の脂環式ジカルボン酸等が例示できる。一方グリコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメチレングリコール等の脂肪族グリコールが例示できる。またこれ以外に、ポリエステルを構成する成分としてヒドロキシカルボン酸を挙げることできる。ヒドロキシカルボン酸としては、p-ヒドロキシ安息香酸、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸等が例示できる。

【0011】

さらに、本発明の熱可塑性ポリエステル樹脂には、分子中に3個以上のカルボキシル基または水酸基を含有する化合物が、全ジカルボン酸成分および全ジオール成分の合計量に対し、通常6モル%以下、好ましくは4モル%以下、さらに好ましくは2モル%以下で共重合されているもよい。

分子中に 3 個以上のカルボキシル基または水酸基を含有する化合物としては、例えば、トリメリト酸、ピロメリト酸、ナフタレンテトラカルボン酸およびそれらの無水物、グリセロール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ポリグリセロール（グリセロールが 2 ～ 20 程度縮合した化合物およびこれらの混合物）、ポリオール（炭素数 2 ～ 4 程度のアルキレンオキシドが縮合した化合物）等が挙げられ、これらの中でも、トリメリト酸、ピロメリト酸、およびそれらの無水物、グリセロール、ペンタエリスリトール、ポリオールが好適である。なお、これら化合物は、2 種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0012】

また、本発明に使用する熱可塑性ポリエステル樹脂には、本発明の効果を損なわない範囲で、酸化防止剤、光安定剤、分子量調整剤、可塑剤、耐加水分解剤、帯電防止剤、潤滑剤、離型剤、難燃剤、難燃助剤、着色剤等の添加剤が含有されていてもよい。

本発明においては、熱可塑性ポリエステル樹脂を溶融押出するために、市販されている押出機を用いて、熱可塑性ポリエステル樹脂を供給部から定量的に投入して、樹脂の融点あるいは軟化温度以上に加熱されたシリンダー内でスクリュウの回転により、樹脂を溶融させつつ押し出す。押出機には加熱された導管が接続されており、必要に応じてスタティックミキサーを設置して溶融樹脂を均一化させ、フィルターを設置して異物を除去し、ギアポンプを設置して定量供給性を高めることもできる。こうして導かれたポリエステル樹脂は、Tダイ等のフラットダイの口金でシート状に押し広げられて吐出されて、キャスティングドラム上で冷却固化される。

【0013】

熱可塑性ポリエステル樹脂の溶融押出し時に注入するガスは、使用する熱可塑性ポリエステル樹脂に対して反応性がなく不活性であることが必要である。使用するガスに反応性があれば、ポリエステル樹脂を変性させる、あるいは圧力開放した際に有効に樹脂を発泡させることができず好ましくない。またこのガスは、常温常圧下、気体状態で存在するものであることが必要である。固体や液体で存在する物は、発泡シートを作成して常温常圧に戻した時に、ポリエステル樹脂中でも固体や液体で存在することになり好ましくない。本発明で用いられるガスは、炭酸ガス、窒素、ヘリウム、ネオンなどの無機ガス、あるいはプロパン、ブタンなどの炭化水素ガスなどを例示することができるが、取り扱い上の安全性やガスのコストなどを考慮すると、炭酸ガスまたは窒素ガスが好ましい。

【0014】

このガスを熱可塑性ポリエステル樹脂の溶融押出し時に注入するには、押出機中で樹脂が溶融状態あるいは半溶融状態となっている部分に注入して、注入したガスと樹脂とが押出機のスクリュウで溶融混練りされることが、溶融樹脂にガスを溶解させる上で必要である。この際に注入するガスは、少なくとも 1 MPa 以上の圧力をかけることが好ましい。こうしてガスを溶融樹脂に充分溶解させるべく溶融混練りを行うが、その際に用いる押出機は二軸押出機であることが好ましい。またこの時用いるスクリュウブロックパターンも、注入されたガスが充分に溶融樹脂にとけ込むように「送り」あるいは「戻し」のパターンを適宜組み合わせたもの、および注入したガスが樹脂の投入口方向へ逆流することを避けるようにガスシール機構を有するものを使用するのが好ましい。

【0015】

また本発明においては、押出機を 2 台直列した、いわゆるタンデム方式の押出機を用いることができる。この場合には熱可塑性ポリエステル樹脂を溶融し、ガスを注入して溶融樹脂と混練りする役割を果たすのが一段目の押出機であり、これは前述したように二軸押出機を用いるのが好ましい。次いでガスを十分に溶解した溶融樹脂を二段目の押出機に送る。この二段目の押出機は、主として一段目の押出機で注入されたガスを完全に溶融樹脂中に溶解させるのと同時に、一段目の押出機で剪断発熱を起こして上昇した溶融樹脂の樹脂温を固化しない程度に下げて、溶融樹脂の粘度を上げる役割を果たす。これにより最終的に口金付近で溶融樹脂の圧力が開放されて発泡する際に、生成した気泡の気泡壁が破れて気泡が連続化・巨大化することを最小限に止めることが可能となり好ましい。

【0016】

本発明の熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法においては、単体での分解開始温度が220℃以上、好ましくは240℃以上で、分解終了温度が400℃以下、好ましくは370℃以下の有機発泡剤を、注入するガス重量の0.005～0.5倍量の割合、好ましくは0.01～0.3倍量の割合で熱可塑性ポリエステル樹脂に添加する必要がある。本発明では、通常主発泡剤として用いられる有機発泡剤を、発泡核剤的な役割で気泡の発生を促すために使用するに止め、主となる発泡剤としては、前述したポリエステルに不活性なガスがその役割を担う形となることに特徴がある。このために添加する有機発泡剤の単体での分解開始温度が220℃未満では、押出機内で未だポリエステル樹脂が溶融しない状態で有機発泡剤の分解が著しくなるため好ましくない。一方で有機発泡剤の単体での分解終了温度が400℃を越える場合には、ポリエステル樹脂の溶融工程で有機発泡剤が分解せず、発泡剤としての効果が得られないため好ましくない。また有機発泡剤の添加量が注入するガス重量の0.005倍量に満たない場合には、有機発泡剤の熱分解による発生ガス量が少なすぎて、有効な効果が得られない。一方で有機発泡剤の添加量が注入するガス重量の0.5倍量を越える場合には、有機発泡剤から発生するガス量が多くなると共に、ガスが発生した後の発泡剤残査も増えることになり、これが発泡シートを着色して色調を悪化させる弊害が顕著となるため好ましくない。

【0017】

本発明で好ましく用いることのできる有機発泡剤の具体例としては、アゾビステトラゾールジグアニジン塩（分解温度230～245℃）、5-フェニルテトラゾール（分解温度230～280℃）、5, 5'-ビス-1H-テトラゾール（250～300℃）、5, 5'-ビス-1H-テトラゾールジグアニジン塩（分解温度340～370℃）、5, 5'-ビス-1H-テトラゾールピペラジン塩（分解温度350～375℃）などのアゾビステトラゾール化合物あるいはビステトラゾール化合物を例示することができる。これらの有機発泡剤は単独で使用してもよいし、2種類以上を混合して使用することもできる。

【0018】

さらに本発明においては、無機の発泡核剤を併用することも可能である。具体的にはタルク、マイカ、クレイ、ガラス繊維、カーボンファイバー、各種の微細ウィスカーなどの粉体が例示でき、これらの発泡核剤の熱可塑性ポリエステル樹脂への添加量は0.05～2重量%の範囲内で選択して使用することもできる。上記の有機発泡剤や発泡核剤は、通常ポリエステル樹脂とともに押出機に投入するが、予めポリエステル樹脂中に含有されていてもよい。

【0019】

本発明においては、押出機出口から口金の直前に至るメルトラインで、溶融樹脂に溶解させた気体が気泡とならないように樹脂圧を高めた状態を保つ必要がある。これは、樹脂圧を高めれば気体の溶解度も増加するヘンリーの法則に従うことによるものと考えられる。このため口金の直前に圧力調整弁を設置して、樹脂圧の低下によるメルトライン中での発泡を防ぐことが好ましい。この後、気体を多量に溶解していた溶融樹脂は、Tダイ等のフラットダイで急速に圧力開放されて、溶存させていた気体を急速に気化させて発泡する。この時の圧力開放は、極めて急速に行うことが生成する気泡を小さくするためには好ましい。また、口金より吐出されたシートは、速やかにキャスティングドラム上で急冷固化させることが好ましい。急冷固化が遅いと気泡が必要以上に成長し、気泡径が大きくなりやすい。

【0020】

本発明の製造方法で作成した熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シート中には、気泡が均一かつ微細に存在しており、その平均気泡径は15～400μm、さらには20～200μmとなることが好ましい。また、この発泡シートの比重は0.1～1.2g/cm²、さらには0.2～1.0g/cm²となることが好ましい。

【0021】

かくして得られた熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートは、延伸工程に供することができる。延伸工程においては、フィルムは通常、T_g-10℃からT_c-10℃の温度範囲で

、面積倍率にして通常1. 1～30倍、好ましくは3～15倍の範囲で長手方向（縦方向）および幅方向（横方向）に延伸される。延伸方法としては、用途に応じて一軸延伸でもよいし、二軸延伸でもよい。二軸延伸を行う場合には、逐次二軸配向延伸、同時二軸配向延伸、それらを組み合わせた延伸のいずれであってもよい。なお、逐次二軸延伸の場合は、一般には縦方向に延伸したのち、横方向に延伸する方法が好ましく採用される。縦および横方向に延伸する際、各々一段延伸でもよいが、多段延伸であってもよい。延伸したフィルムはその後、熱固定処理を施すことも可能である。

【0022】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り 10
以下の実施例に限定されるものではない。

【0023】

<物性値の測定方法>

（1）有機発泡剤の単独での分解温度

熱重量分析装置（（株）島津製作所製 DTG-60）を用いて化学発泡剤の分解開始温度および分解終了温度を測定した。十分に真空乾燥した試料10～20mgを、窒素気流化で5℃/分の昇温速度で室温から450℃まで昇温し、試料の重量減少を記録した。この中で急激に重量減少が開始する温度を分解開始温度、急激な重量減少がなだらかなる温度を分解終了温度とした。

【0024】

20

（2）比重

電子比重計（（株）シロ産業製 SEW-200SG）を用いて発泡シートの比重を測定した。

【0025】

（3）平均気泡径

発泡シートの断面を、走査型電子顕微鏡を用いて観察した。解析には顕微鏡画像を樹脂部と気泡部に2値化して、少なくとも100個の気泡について、気泡径の縦横の平均値から求めた平均気泡径を算出した。

【0026】

実施例1

30

熱可塑性ポリエステル樹脂として、固有粘度1.00のポリエチレンテレフタレートレジンを用いた。この混合レジンに窒素気流下180℃で4時間乾燥した。これとは別に5, 5'-ビス-1H-テトラゾールを室温で1昼夜真空乾燥した。このレジンに2台の押出機を直列に設置したタンデム型の押出機に供して熔融押出しを行った。1台目の押出機はL/D=40の二軸押出機で、2台目はL/D=20の単軸押出機を使用した。先に乾燥した原料レジンに1台目の押出機に投入して50Kg/hの吐出量で熔融押出しを行った。この時、1台目の二軸押出機には上流側端部からL/D=8に相当する位置に粉体の投入口があり、ここから真空乾燥した5, 5'-ビス-1H-テトラゾール（分解開始温度250℃、分解終了温度0℃）を60g/hの割合で投入した。また同L/D=12に相当する場所にディスク状のガスシールを設置し、同L/D=16に相当する場所にガス供給口を設置した。また、ガス供給口には加圧ポンプと冷却装置を経由した炭酸ガスを定量的に供給して、二軸押出機のシリンダー内に2MPaの圧力で600g/hの割合で注入した。（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.1倍量）1台目の熔融樹脂の樹脂温度は290℃であった。次いでこの熔融樹脂を、導管を通じて直接2台目の押出機に送り、熔融樹脂の樹脂温度を280℃に下げるように熔融押し出しを行った。この後ギアポンプ、スタティックミキサー、および濾過精度（95%カット径）40μmカットのフィルターを有する濾過装置を通過させた。次いでこの濾過装置の後に、圧力調節弁を経てTダイで圧力開放させてシート状に押し出した。この時圧力調整弁は熔融樹脂の圧力が6MPaとなるように設定した。またシート状に押し出した熔融樹脂は、静電印加法を用いて表面温度30℃に保たれたキャストドラム上で急冷固化させた。

40

50

得られたシートは気泡が多数存在する白色の発泡シートであった。この発泡シートの比重は0.35、平均気泡径は80 μm であった。

【0027】

実施例2

実施例1において、添加する5, 5'-ビス-1H-テトラゾールの添加量を300 g/hとする（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.5倍量）以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行い、気泡が多数存在する発泡シートを得た。シートの色調は実施例1のもの比べるとやや黄色味が目立った。この発泡シートの比重は0.30、平均気泡径は70 μm であった。

【0028】

10

実施例3

実施例1において、添加する5, 5'-ビス-1H-テトラゾールの添加量を3 g/hとする（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.05倍量）以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行い、気泡が多数存在する白色の発泡シートを得た。この発泡シートの比重は0.25、平均気泡径はやや大きく350 μm であった。

【0029】

実施例4

実施例1において、熱可塑性ポリエステル樹脂として、固有粘度1.00のポリエチレンテレフタレートレジン、およびタルクを5重量%含む固有粘度0.80のポリエチレンテレフタレートレジンとを9:1の比率で混合したものを用いた。このレジンを用いる以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行い（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.1倍量）、気泡が多数存在する白色の発泡シートを得た。この発泡シートの比重は0.35、平均気泡径は70 μm であった。

20

【0030】

実施例5

実施例1において、添加する化学発泡剤を5, 5'-ビス-1H-テトラゾールから5-フェニルテトラゾール（分解開始温度230℃、分解終了温度280℃）に変更する以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行った。（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.1倍量）化学発泡剤の投入口付近で化学発泡剤の熱分解による若干の気体の発生が確認されたが、レジンの送り込み・溶融押出しには特に支障なく、最終的に発生気泡が多数存在する白色の発泡シートを得た。この発泡シートの比重は0.40、平均気泡密度は80 μm であった。

30

【0031】

比較例1

実施例1において、5, 5'-ビス-1H-テトラゾール等の化学発泡剤を添加しないこと以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行い、気泡が多数存在する白色の発泡シートを得た。この発泡シートの比重は0.20、平均気泡径はかなり大きく750 μm であった。

【0032】

比較例2

40

実施例1において、添加する化学発泡剤を5, 5'-ビス-1H-テトラゾールからアゾジカルボンアミド（分解開始温度200℃、分解終了温度220℃）に変更する以外は全て実施例1と全く同様に溶融押出しを行った。（有機発泡剤は、注入ガス重量の0.1倍量）しかしながら、投入口付近で化学発泡剤の熱分解が著しく生じ、スムーズな原料供給ができなかったため、押出しを中止した。

【0033】

実施例6

実施例4で作成した発泡シートを、そのまま2軸延伸装置に供した。すなわち得られた発泡シートを縦延伸ロールに送り込み、まず予熱ロールで加温した後、シート温度85℃（IRヒーター付与）で3.0倍延伸した。この1軸延伸フィルムをテンターに導き、充分

50

予熱を行いフィルム温度 100℃で横方向に 3.5 倍延伸して二軸配向フィルムを得た。次いで、得られた二軸配向フィルムを同じテンター内の熱固定ゾーンに導き、210℃で 5 秒間幅方向に 3%弛緩させながら熱固定した。得られたフィルムの厚みは、50 μm であった。この二軸延伸フィルムは、気泡が多数存在する白色の発泡フィルムであり、このフィルムの比重は、0.42 であった。

【0034】

【発明の効果】

本発明の熱可塑性ポリエステル樹脂発泡シートの製造方法によれば、発泡剤としガスを押出機に注入して熔融混練りした後、口金部において圧力開放して気泡を含有するシートを製造する方法において、熱分解性の有機発泡剤を添加して押出機内で熱分解させてガスを発生させる方法を併用することによって、より効率良く気泡を微細化することが可能となる。この結果、本発明の製造方法で作成した熱可塑性ポリエステル発泡シートは、包装用、カード、ラベル、緩衝材等の用途に用いるだけでなく、一軸延伸または二軸延伸してフィルム化するための発泡シートにも応用できるため、その工業的価値は高い。

10